

AD

US Patent Application based on PCT/EP03/06587  
"METHODS AND DEVICES FOR ACQUIRING OPTICAL NEAR-FIELD  
INTERACTION SIGNALS"

**Summary of DE 100 35 134**

DE 100 35 134 discloses a method and a device for optical near-field microscopy (see Fig. 2) wherein the method comprises the steps of illumination of a sample tip (11) with a measurement laser beam (24A), wherein the sample tip is modulated with a first modulation frequency above a surface of an object (13); detection of light scattered at the sample tip; and generation of detector signals in dependence on the intensity of the detected light with a demodulation of the detector signals at a reference frequency including a multiple of the first modulation frequency, wherein the reference frequency is selected according to  $f_{\text{REF}} = \Delta \pm n_1 \Omega_1$  ( $n_1 \geq 2$ ) with  $\Delta$  being a difference frequency between the frequency of a measurement laser beam (24A) and a reference laser beam (24B). The sample tip is made of Si coated with Pt/Ir (column 5, line 41).

DE 100 35 134 does not disclose the excitation of a phonon resonance in an object made of a polar material with a polar solid-state structure as claimed in claim 1 of the above U.S. patent application.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 100 35 134 A 1

51 Int. Cl. 7:  
G 12 B 21/06

21 Aktenzeichen: 100 35 134.4  
22 Anmeldetag: 19. 7. 2000  
43 Offenlegungstag: 14. 2. 2002

AD

71 Anmelder:  
Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der  
Wissenschaften e.V., 80539 München, DE  
74 Vertreter:  
v. Bezold & Sozien, 80799 München

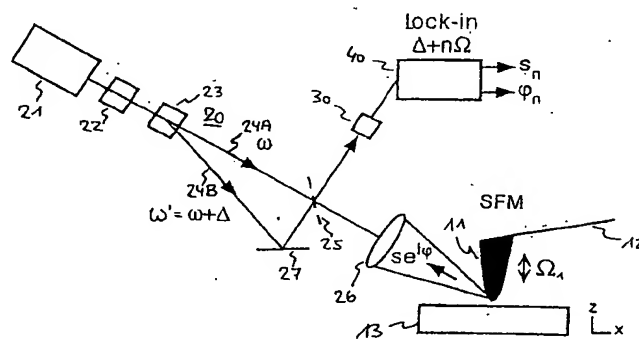
72 Erfinder:  
Hillenbrand, Rainer, 86938 Schondorf, DE;  
Keilmann, Fritz, Dr., 82335 Berg, DE; Knoll,  
Bernhard, Dr., 80689 München, DE  
56 Entgegenhaltungen:  
DE 6 90 09 846 T2  
ADAM, P.M. u.a.: Analysis of the influence of  
the tip vibration in the formation of images in  
aperturless scanning near-field optical microscopy.  
In: Opt.Comm., 2000, Vol. 174, S. 91-9;  
WURTZ, G. u.a.: Imaging a GaAs laser diode in  
operation using aperturless scanning near-field  
optical microscopy. In: Europ.J.Appl.Phys.,  
1999, Vol. 5, S. 269-275;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Verfahren und Vorrichtung zur optischen Nahfeldmikroskopie

57 Ein Verfahren zur optischen Nahfeldmikroskopie umfasst die Schritte: Beleuchtung einer Tastspitze (11) mit einem Messlaserstrahl (24A), wobei die Tastspitze mit einer ersten Modulationsfrequenz moduliert über der Oberfläche einer Probe (13) angeordnet ist, Detektion von an der Tastspitze gestreutem Licht und Erzeugung von Detektorsignalen in Abhängigkeit von der Intensität des detektierten Lichtes und Demodulation der Detektorsignale bei einer Bezugsfrequenz, die ein Vielfaches der ersten Modulationsfrequenz enthält, zur Erzeugung von Bildsignalen, wobei aus dem Messlaserstrahl mindestens ein ggf. um eine Differenzfrequenz  $\Delta$  verschobener Referenzlaserstrahl (24B) abgeleitet wird, bei der Detektion des gestreuten Lichtes gleichzeitig eine Detektion des Referenzlaserstrahls (24B) erfolgt, und die Demodulation bei einer Bezugsfrequenz  $f_{REF} = \Delta \pm n_1 \Omega_1$  (mit  $n_1 \geq 2$ ) erfolgt.



DE 100 35 134 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur optischen Nahfeldmikroskopie, insbesondere ein Verfahren zur Nahfeldmikroskopie mit einer aperturlosen, periodisch bewegten Tastspitze, und ein Nahfeldmikroskop zur Umsetzung des Verfahrens.

[0002] Die optische Nahfeldmikroskopie ist als Messverfahren zur hochauflösenden Abbildung von Probenoberflächen allgemein bekannt. Ein Sensor wird zur Erfassung des optischen Nahfeldes der Probenoberfläche mit einem Abstand von dieser positioniert, der wesentlich kleiner als die Wellenlängen sichtbaren Lichtes ist. Je nach den Polarisations- oder Brechzahlseigenschaften des betrachteten Ortes der Probenoberfläche liefert der Sensor ein bestimmtes Messsignal. Aus einer Vielzahl punktwise aufgenommener Messsignale wird eine Abbildung der Probenoberfläche konstruiert. Die Nahfeldmikroskopie hat sich bisher nicht in breiter Anwendung durchgesetzt, weil die aus den Sensorsignalen abgeleiteten Bildkontraste nicht einfach zu verstehen und oft durch Artefakte verfälscht sind. Die Bildung von Artefakten wird bspw. von B. Hecht et al. in "J. Appl. Phys." Band 81, 1997, Seite 4292 ff. beschrieben.

[0003] Eine besonders gute Ortsauflösung unterhalb von 10 nm wird bei der Verwendung so genannter aperturloser Tastspitzen erreicht. Bei der aperturlosen Nahfeldmikroskopie wird der Sensor durch eine Tastspitze gebildet, deren Ende als elektromagnetische "Nanoantenne" betrachtet werden kann, die in das optische Nahfeld der Probe hineinragt. Das Ende der Tastspitze wird mit einem Laser beleuchtet. Das von der Tastspitze ausgehende Streulicht wird durch die Wechselwirkung der Tastspitze mit dem optischen Nahfeld der Probenoberfläche in charakteristischer Weise beeinflusst. Je nach den Eigenschaften des optischen Nahfeldes wird das im Fernfeld detektierbare Streulicht in definierter Weise verändert. Das im Streulicht enthaltene Messsignal ist im Vergleich zur Hintergrundstrahlung bzw. -streuung außerordentlich gering. Um dennoch ein auswertbares Signal zu erhalten, wird der Abstand der Tastspitze zur Probe während der Messung bei einer Modulationsfrequenz  $\Omega$  moduliert. Durch diese Modulation wird der durch das optische Nahfeld modifizierte Anteil des Streulichtes entsprechend mit der Modulationsfrequenz moduliert. Durch die Streulichtmodulation kann das interessierende Messsignal von der Hintergrundstrahlung getrennt werden. Modulationstechniken werden beispielsweise von G. Wurtz et al. (siehe "Eur. Phys. J. AP", Band 5, 1999, Seite 269 ff.) und in US 4 947 034 beschrieben. Es hat sich gezeigt, dass die mit den herkömmlichen Modulationstechniken erzielbare Hintergrundunterdrückung begrenzt ist.

[0004] Die beschränkte Unterdrückung der Hintergrundstrahlung bei frequenzsensitiver Detektion des von der Tastspitze ausgehenden Streulichtes wird auch von G. Wurtz et al. beschrieben. G. Wurtz et al. verwenden einen speziellen Messaufbau, mit dem die Emission einer Infrarot-Laserdiode mit einem zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie analogen Verfahren untersucht wird. Wie bei der Nahfeldmikroskopie wird eine Tastspitze über die Oberfläche des emittierenden Halbleitermaterials geführt und das an der Tastspitze gestreute Licht detektiert. Die Detektion erfolgt frequenzsensitiv in Abhängigkeit von der Modulationsbewegung der Tastspitze. G. Wurtz et al. haben festgestellt, dass die frequenzsensitive Detektion bei der doppelten Modulationsfrequenz  $2\Omega$  eine bessere Unterdrückung der Hintergrundstrahlung liefert als die Detektion bei der einfachen Modulationsfrequenz  $\Omega$ . Die Ergebnisse von G. Wurtz et al. sind bisher auf den Spezialfall der Untersuchung einer von sich aus selbst leuchtenden Probe beschränkt geblieben. Die ge-

fundene Rauschunterdrückung durch Detektion bei der doppelten Modulationsfrequenz wird von G. Wurtz et al. mit Besonderheiten der Probe, nämlich mit deren besonders glatten Oberfläche (Halbleiterkristallfläche) und dem scharfen optischen Kontrast der Probe (leuchtender/nicht leuchtender Bereich) in Zusammenhang gebracht. Bei der Untersuchung des Nahfeldes der Infrarotstrahlung befindet sich darüber hinaus die Tastspitze in einem Abstand von der Probenoberfläche, der erheblich größer ist als die in der optischen Nahfeldmikroskopie für Oberflächenabbildungen interessierenden Abstände.

[0005] Bei dem in US 4 947 034 beschriebenen Nahfeldmikroskop wird eine Doppelmodulationstechnik eingeführt. Die Tastspitze wird mit einer ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  in einer zur Probe senkrechten Richtung bewegt. Gleichzeitig erfolgt eine zweite Modulationsbewegung in einer zur Probe parallelen Ebene mit einer zweiten Modulationsfrequenz  $\Omega_2$ . Das Streulicht von der Tastspitze und der Oberfläche wird frequenzsensitiv bei der Differenz- oder Summenfrequenz der ersten und zweiten Modulationsfrequenzen detektiert. Zur Erzeugung der Summen- oder Differenzfrequenzen wird eine Trägerfrequenzmodulation des Laserlichts zur Bestrahlung der Tastspitze eingeführt. Die Trägerfrequenzmodulation besitzt zusätzlich die Aufgabe, die Messgeschwindigkeit zu erhöhen, indem die interessierenden Summen- und Differenzfrequenzen in hochfrequente Bereiche entsprechend der Trägerfrequenzmodulation verschoben werden.

[0006] Die in US 4 947 034 beschriebene Technik besitzt die folgenden Nachteile. Das Hauptproblem besteht in der zwingend erforderlichen Doppelmodulation der Bewegung der Tastspitze. Es ist ein komplizierter Messaufbau notwendig, der neben den Modulationsbewegungen in allen Raumrichtungen auch die Führung der Tastspitze über die Probenoberfläche sicherstellen muss. Für praktische Anwendungen in der Mess- und Analysetechnik ist ein derart komplexer Messaufbau in der Regel unakzeptabel. Ein weiterer Nachteil der herkömmlichen Technik besteht in deren Beschränkung auf die Erfassung von Brechzahlspünngen (Kanten) in der Probenoberfläche. Mikroskopische Abbildungen der Probentopographie sind mit dem herkömmlichen System nicht vorgesehen. Schließlich ist auch mit der Doppelmodulationstechnik gemäß US 54 947 034 die Hintergrundsteuerung nicht so stark dämpfbar, dass die von B. Hecht et al. beschriebenen Artefakte sicher ausgeschlossen werden können. Die Hintergrundstrahlung kann aus den folgenden Gründen mit der Modulationsfrequenz moduliert sein und somit den durch die frequenzsensitive Detektion gebildeten Filter passieren.

[0007] Ein erster Grund besteht darin, dass das einfallende Laserlicht nach dem Auftreffen auf die Tastspitze teilweise zur Probenoberfläche gelenkt und dort reflektiert wird. Es kommt zu Interferenzerscheinungen zwischen dem einfallenden und dem reflektierten Licht, die vom aktuellen Bewegungszustand der Tastspitze abhängen und somit mit der Modulationsfrequenz moduliert sind. Ein weiterer Grund besteht darin, dass das einfallende Laserlicht nicht nur auf den Apex der Tastspitze nahe der Probe, sondern auch auf den Schaft der Tastspitze fällt. Der Schaft besitzt allgemein eine sich zum Ende verjüngende Kegelform. Das auf die schräge Kegeloberfläche auftreffende Laserlicht erfährt bei Bewegung der Tastspitze in einer Richtung senkrecht zur Probenoberfläche eine Modulation mit der Modulationsfrequenz.

[0008] Die Aufgabe der Erfindung ist es, ein verbessertes Verfahren zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie anzugeben, mit dem die Nachteile und Beschränkungen der herkömmlichen Technik überwunden werden können. Das neue Ver-

fahren soll insbesondere mit einem relativ einfachen Messaufbau durchführbar sein und eine stärkere Unterdrückung des Hintergrunds und Streulichtes ermöglichen. Die Aufgabe der Erfindung ist es auch, ein optisches Nahfeldmikroskop zur Durchführung derartiger Verfahren anzugeben.

[0009] Diese Aufgaben werden mit Verfahren bzw. einem Nahfeldmikroskop mit den Merkmalen entsprechend den Patentansprüchen 1 bzw. 11 gelöst. Vorteilhafte Ausführungsformen und Anwendungen ergeben sich aus den abhängigen Ansprüchen.

[0010] Gemäß einem ersten Gesichtspunkt der Erfindung wird ein Verfahren zur optischen Nahfeldmikroskopie bereitgestellt, bei dem eine mit mindestens einer ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  oszillierende, im optischen Nahfeld einer Probe angeordnete Tastspitze mit einem Messlaserstrahl beleuchtet wird, wobei das von der Tastspitze ausgehende Streulicht simultan mit mindestens einem Referenzlaserstrahl mit einer Frequenz, die gegenüber der Frequenz des Messlaserstrahls ggf. um eine vorbestimmte Differenzfrequenz  $\Delta \geq 0$  verschoben ist, detektiert wird und das Detektorsignal einer Demodulation bei einer Referenzfrequenz unterzogen wird, die gleich der Summe oder Differenz aus der Differenzfrequenz und Vielfachen  $n\Omega_1$  der ersten Modulationsfrequenz ist. Die Oszillation der Tastspitze bei der ersten Modulationsfrequenz bedeutet, dass ein Zustandsparameter der Tastspitze periodisch mit der Modulationsfrequenz derart verändert wird, dass die Nahfeldwechselwirkung zwischen der Tastspitze und der Probe entsprechend variiert wird. Es ist vorzugsweise mindestens eine Modulationsbewegung der Tastspitze vorgesehen, bei der sich der senkrechte Abstand des Endes der Tastspitze von der Probe verändert.

[0011] Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren werden vorteilhafterweise Bildsignale geliefert, die sowohl eine Amplituden- als auch eine Phaseninformation über das im Nahfeld der Probe gestreute Licht enthalten. Zur Gewinnung beider Informationen wird ein frequenzverschobener Referenzlaserstrahl oder zwei phasenverschobene Referenzlaserstrahlen verwendet.

[0012] Bei einer ersten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird genau ein Referenzlaserstrahl aus dem Messlaserstrahl abgeleitet, wobei der Referenzlaserstrahl gegenüber dem Messlaserstrahl um eine Differenzfrequenz  $\Delta \neq 0$  frequenzverschoben ist. Durch die Beleuchtung mit frequenzverschobenem Licht und die Detektion entsprechend den Seitenbändern der Differenzfrequenz  $\Delta$ , die den höheren Harmonischen der ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  entsprechen, wird vorteilhafterweise mit einem relativ einfachen Messaufbau eine erhebliche Unterdrückung der Hintergrundstrahlung erzielt.

[0013] Bei einer zweiten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden zwei relativ zueinander phasenverschobene Referenzlaserstrahlen, die gegenüber dem Messlaserstrahl keine Frequenzverschiebung aufweisen erzeugt, und das gestreute Licht wird mit zwei Detektoren erfasst, an denen gleichzeitig eine Detektion jeweils von einem der beiden Referenzlaserstrahlen erfolgt, wobei die zum jeweiligen Messpunkt gehörenden Bildsignale aus den demodulierten Detektorsignalen beider Detektoren ermittelt werden. Auch bei dieser Ausführungsform können die Amplituden und Phasen des Streulichtes getrennt erfasst und ausgewertet werden.

[0014] Die erfindungsgemäße nahfeldmikroskopische Abbildung der Oberfläche einer Probe wird vorzugsweise mit einer topographischen Abbildung der Oberfläche, z. B. durch Rasterkraftmikroskopie, kombiniert. Die nahfeldmikroskopische Abbildung liefert Aussagen über die in der Oberfläche auftretenden Brechzahlunterschiede. Die Brech-

zahlunterschiede werden bspw. durch Schichten oder Adsorbate auf der Oberfläche aus gegenüber der Probe unterschiedlichen Materialien verursacht. Das erfindungsgemäße Messverfahren liefert somit eine empfindliche Analyse sowohl der stofflichen als auch der geometrischen Zusammensetzung von Probenoberflächen.

[0015] Gemäß einem weiteren Gesichtspunkt der Erfindung wird ein aperturloses Nahfeldmikroskop bereitgestellt, das eine Abtasteinrichtung, eine Beleuchtungseinrichtung, eine Detektoreinrichtung und eine Demodulationseinrichtung umfasst. Die Abtasteinrichtung weist eine Tastspitze, eine Antriebseinrichtung zur Modulation (z. B. Schwingungsanregung) mit mindestens einer Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  und ggf. eine Scan-Einrichtung zur Führung der Tastspitze relativ zur Oberfläche der Probe auf. Die Beleuchtungseinrichtung ist zur Beleuchtung der Tastspitze mit einem Messlaserstrahl und zur Erzeugung von einem Referenzlaserstrahl, der gegenüber dem Messlaserstrahl um eine vorbestimmte Differenzfrequenz  $\Delta$  frequenzverschoben ist, oder von zwei relativ zueinander phasenverschobenen Referenzlaserstrahlen eingerichtet. Die Demodulationseinrichtung ist zur Demodulation (frequenzsensitiven Verstärkung) von Detektorsignalen der Detektoreinrichtung bei einer Bezugsfrequenz ausgelegt, die additiv oder subtraktiv die Differenzfrequenz  $\Delta$  und höhere Harmonische der Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  enthält.

[0016] Die Erfindung besitzt Vorteile in Bezug auf die Vereinfachung des Messaufbaus bei gleichzeitiger Unterdrückung von Störsignalen, die Interpretierbarkeit von Nahfeldbildern und damit für die erweiterte Anwendbarkeit der Nahfeldmikroskopie. Mit der erfindungsgemäßen Überlagerungs- und Demodulationstechnik werden durch Hintergrundstrahlung und -streuung erzeugte Signalanteile stark unterdrückt und die zu messenden Nahfeldkontraste einer Probenoberfläche verstärkt.

[0017] Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung werden aus der Beschreibung der beigefügten Zeichnungen ersichtlich. Es zeigen:

[0018] Fig. 1 eine schematische Übersichtsdarstellung des Aufbaus eines erfindungsgemäßen Nahfeldmikroskops,

[0019] Fig. 2 eine Übersichtsdarstellung von Einzelheiten einer ersten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Nahfeldmikroskops,

[0020] Fig. 3 Kurvendarstellungen zur Illustration der Nahfeldsignale in Abhängigkeit vom Tastspitze-Probe-Abstand,

[0021] Fig. 4 Kurvendarstellungen zur Illustration des erfindungsgemäßen Verfahrens, und

[0022] Fig. 5 Abbildungen einer Probenoberfläche zum Vergleich der erfindungsgemäßen Verfahrens mit einer Einfachdemodulation.

[0023] Ein erfindungsgemäßes aperturloses Nahfeldmikroskop ist schematisch in Fig. 1 illustriert. Es ist eine Abtasteinrichtung 10 vorgesehen, die zur Positionierung bzw. Bewegung einer Tastspitze relativ zur Oberfläche der zu untersuchenden Probe eingerichtet ist. Die Abtasteinrichtung 10 wird vorzugsweise durch ein an sich bekanntes Rasterkraftmikroskop (SFM, Scanning Force Microscope) gebildet und enthält als Tastspitze eine an sich bekannte SFM-Cantilever-Spitze. Die Abtasteinrichtung 10 enthält auch eine Antriebseinrichtung zur Modulationsbewegung der Tastspitze mindestens in z-Richtung senkrecht zur Probenoberfläche. Des Weiteren ist eine Scan-Einrichtung, z. B. ein piezoelektrischer Stellantrieb, zur Bewegung der Probe relativ zur Tastspitze in der x-y-Ebene (Ebene der Probenoberfläche) vorgesehen.

[0024] Ein erfindungsgemäßes Nahfeldmikroskop ist mit einer Beleuchtungseinrichtung (in Fig. 1 nicht gezeigt) aus-

gestattet, mit der ein Messlaserstrahl mit der Frequenz  $\omega$  entsprechend der jeweils gewählten Wellenlänge auf die Tastspitze und ein Referenzlaserstrahl mit einer gegenüber der Frequenz  $\omega$  um die Differenzfrequenz  $\Delta$  verschobenen Frequenz (oder zwei zueinander phasenverschobene Referenzlaserstrahlen mit der Frequenz  $\omega$ ) auf die Detektoreinrichtung 30 gerichtet wird.

[0025] Die Detektoreinrichtung 30 ist zur gleichzeitigen Erfassung des von der Tastspitze der Abtasteinrichtung 10 ausgehenden Streulichts und des mindestens einen Referenzlaserstrahls mit einem oder mehreren Detektoren und zur Erzeugung eines Detektorsignals entsprechend der erfassten Lichtintensität ausgelegt. Das Detektorsignal wird in der Demodulationseinrichtung 40 einer Demodulation unterzogen. Je nach Ausführungsform erfolgt die Demodulation bei einer additiven Überlagerung aus der Differenzfrequenz des Referenzlaserstrahls und höheren Harmonischen der mindestens einen Modulationsfrequenz. Die Demodulationseinrichtung 40 liefert ein Nahfeldsignal, das einen Amplitudenanteil und einen Phasenanteil enthält. Das Nahfeldsignal ist ein Maß für die optischen Eigenschaften der Probe am jeweiligen Messort, insbesondere für den lokalen Berechnungsindex der Probe.

[0026] Gemäß einer bevorzugten Gestaltung der Erfindung ist die Abtasteinrichtung 10 mit einer kompletten Steuerungs- und Anzeigeeinrichtung eines SFM ausgestattet, so dass simultan zu den orts aufgelöst aufgenommenen Nahfeldsignalen auch SFM-Probentopographien erfasst und dargestellt werden.

[0027] Weitere Einzelheiten eines zur Umsetzung der ersten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ausgelegten Nahfeldmikroskops sind in Fig. 2 illustriert. Von der Abtasteinrichtung 10 ist lediglich die Tastspitze 11 gezeigt, die nach Art einer Cantileverspitze mit einem elastischen Element 12 federnd an einer (nicht dargestellten) Antriebseinrichtung angebracht ist. Die Tastspitze 11 ist mit einem geringen Abstand (ca. 0 nm bis 1  $\mu\text{m}$ ) über der Oberfläche der Probe 13 angebracht und kann in z-Richtung senkrecht zu der Oberfläche zu Schwingungen mit der Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  angeregt werden. Die Tastspitze 11 ist bspw. eine mit Platin/Iridium bedampfte Siliziumspitze (Hersteller: Nanosensors, Wetzlar, Deutschland). Der Spitzenradius beträgt ca. 20 nm. Die Schwingungsamplitude in z-Richtung beträgt bspw.  $\Delta z \approx 20$  nm. Die Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  wird vorzugsweise entsprechend der Resonanzfrequenz der Tastspitze gewählt und beträgt bspw. 270 kHz.

[0028] Als Tastspitze kann auch eine Tastspitze aus einem dielektrischen, metallischen oder teilweise dielektrischen bzw. metallischen Material verwendet werden, wie sie aus der optischen Nahfeldmikroskopie bekannt ist. Die Tastspitze ist selbst als Wellenleiter ausgeführt und dient der Beleuchtung der Probe und/oder der Aufnahme des Streulichtes aus dem Nahfeld.

[0029] Die Beleuchtungseinrichtung 20 umfasst einen Laser 21 (z. B. ein stabilisierte He-Ne-Laser mit  $\lambda = 633$  nm), einen Filter 22, einen Modulator 23 zur Erzeugung des frequenzverschobenen Referenzlaserstrahls 24B, einen teildurchlässigen Spiegel 25, eine Beleuchtungsoptik 26 und einen Umlenkspiegel 27. Der Modulator 23 ist vorzugsweise ein akusto-optischer Modulator, mit dem der Referenzlaserstrahl 24B ausgelenkt wird. Der Referenzlaserstrahl 24B wird über den Umlenkspiegel 27 am teildurchlässigen Spiegel 25 mit dem von der Tastspitze 11 rückgestreuten Licht überlagert und auf den Detektor 30 gerichtet. Der Detektor ist bspw. ein schnell ansprechender Detektor, wie z. B. der Detektor 1801 (Hersteller: New Focus, Santa Clara, USA). [0030] Die Probe 13 wird mit dem Messlaserstrahl 24A mit der Frequenz  $\omega$  unter einen Winkel von bspw.  $60^\circ$  durch

die Optik 26 (z. B. asphärische Linse mit  $\text{NA} = 0.25$ ) beleuchtet. Der Messlaserstrahl 24A ist in der Einfallsebene polarisiert.

[0031] Die Demodulationseinrichtung 40 unterzieht das Messsignal des Detektors 30 einer Demodulation bei den Summen- oder Differenzfrequenzen aus der Differenzfrequenz des Referenzlaserstrahls und höheren Harmonischen der Modulationsfrequenz oder anderen Kombinationen bei der Anwendung von Tastspitzenmodulationen mit mehreren Modulationsfrequenzen in verschiedenen Raumrichtungen. Zur Demodulation wird ein Lock-In-Verstärker verwendet. Das demodulierte Signal liefert das gesuchte Bildsignal.

[0032] Der Betrieb des erfindungsgemäßen Nahfeldmikroskops basiert auf den folgenden Überlegungen. Eine erste wichtige Erkenntnis der Erfinder besteht darin, dass das optische Nahfeld der untersuchten Probe in unmittelbarer Probennähe (Abstände unterhalb des Durchmessers des Tastspitzenendes) extrem steile Gradienten besitzt bzw. stark nicht-linear ist. Dementsprechend enthält das Nahfeld-Streulichtsignal der Tastspitze eine große Zahl von Harmonischen  $n\Omega_1$ . In Fig. 3 sind die Amplitude bzw. Phasen des Nahfeldsignals in Abhängigkeit vom Abstand  $z$  zwischen dem Ende der Tastspitze und einer Goldprobe mit einer herkömmlichen Demodulation bei  $\Delta + \Omega_1$  gezeigt. Es ergibt sich insbesondere unterhalb  $z = 40$  nm ein starker Anstieg des Amplitudensignals. Für größere Probenabstände ergibt sich eine wellenförmige Kurve, deren Form sich aus den oben erläuterten Interferenzerscheinungen an der schwingenden Tastspitze erklärt.

[0033] Eine weitere wichtige Erkenntnis der Erfinder bezieht sich darauf, dass mit dem Detektor 30 stets Intensitäten gemessen werden, die zum Quadrat der additiven Überlagerung aus Hintergrund- und Nahfeldsignalen proportional sind. Die gemessenen Intensitäten enthalten damit reine Hintergrundterme, reine Nahfeldterme und Mischterme. Mit der o. g. von G. Wurtz et al. vorgeschlagenen Messung der zweiten Harmonischen können zwar die reinen Terme voneinander getrennt werden, nicht aber die Mischterme zwischen Hintergrund und Nahfeld. In den Mischtermen, deren Signalanteile die Demodulation passieren können, ist jedoch das störende Hintergrundsignal dominant, so dass die Mischterme die reinen Nahfeldterme störend überlagern. Durch die erfindungsgemäße Referenzlaserstrahltechnik werden auch die Mischterme eliminiert. Dies ist wie folgt darstellbar. Im Detektionsstrahlengang werden die Felder des Streulichtes  $E_{\text{sca}}$  mit den Feldern des modulierten Referenzlaserstrahles  $E_{\text{ref}} = e^{i\Delta t} E_i$  überlagert, wobei  $\Delta$  die Frequenzverschiebung des Referenzlaserstrahls ist ( $\Delta$  beträgt bspw. 80 MHz). Das Detektorsignal  $U$  ist wie folgt darstellbar.

$$U \propto |E_{\text{sca}}|^2 + |E_{\text{ref}}|^2 + 2|E_{\text{sca}} \cdot E_{\text{ref}}| \cos(\Delta t + \phi)$$

[0034] Aus dem Detektorsignal  $U$  ist an sich durch frequenzsensitive Verstärkung die Komponente mit der Frequenz  $\Delta$  herausfilterbar. In der realen Situation der Streuung an der Tastspitze im Nahfeld der Probe besteht der Streulichtterm jedoch aus zwei Komponenten, nämlich dem Hintergrundstreulicht  $\sigma^b$  und dem Nahfeld-modulierten Streulicht  $\sigma$ . In diesem Fall ergibt sich für das Detektorsignal:

$$U \propto |E_{\text{sca}} + E_{\text{sca}}^b + E_{\text{ref}}|^2 \propto |\sigma + \sigma^b + e^{i\Delta t}|^2$$

[0035] Die bei der Frequenz  $\Delta$  demodulierte Komponente des Detektorsignals wird durch die komplexe Summe  $\sigma + \sigma^b$  bestimmt. Die beiden Beiträge  $\sigma$  und  $\sigma^b$  können zwar aufgrund ihrer verschiedenen z-Abhängigkeiten unterschieden werden, dies ist aber mit aufwendigen Eichmessungen und

Korrekturoperationen verbunden. Eine Lösung mit wesentlich geringerem Aufwand ermöglicht die folgende Überlegung der Erfinder. Die Modulation der Tastschmelze bei der Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  ermöglicht ein Herausfiltern der Komponente  $\sigma$  gegenüber  $\sigma^b$ , wobei dies besonders wirksam bei der Demodulation entsprechend höheren Harmonischen  $n\Omega_1$  erfolgt. Dies ergibt sich auch aus der Betrachtung der Fourier-Entwicklung von  $\sigma$  bzw.  $\sigma^b$  jeweils gemäß:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_1 \cos(\Omega_1 t) + \sigma_2 \cos(2\Omega_1 t) + \dots$$

[0036] Aufgrund der verschiedenen z-Abhängigkeiten von  $\sigma$  und  $\sigma^b$  ergibt sich, dass mit zunehmenden  $n$  die Nahfeld- und Hintergrundanteile immer besser voneinander getrennt werden können. Je stärker die Nicht-Linearität des Nahfeldes ist, desto stärker wirken sich die höheren Harmonischen der interessierenden Streuung am Ende der Tastschmelze im Detektorsignal aus. Die entsprechenden höheren Harmonischen der Hintergrundstreuung hingegen verschwinden, da die Hintergrundstreuung nicht die genannte Nicht-Linearität aufweist.

[0037] Wird hingegen auf die Überlagerung mit dem frequenzverschobenen Licht verzichtet (wie z. B. bei G. Wurtz et al), dient  $\sigma_0^b$  quasi als Referenzsignal, das aber von der Topographie nachregelung wesentlich beeinflusst ist und daher im Messsignal zu Topographieartefakten führt. Die erfindungsgemäße Nutzung eines externen Referenzsignals (Referenzlaserstrahl) schließt solche Artefakte aus.

[0038] Ein zur Umsetzung der zweiten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ausgelegtes Nahfeldmikroskop ist gegenüber dem Aufbau gemäß Fig. 2 insbesondere hinsichtlich der Zahl und Eigenschaften der Referenzlaserstrahlen und der Zahl der Detektoren wie folgt abgewandelt. Anstelle des Modulators 23 ist eine Strahlteilereinrichtung (z. B. Strahlteilerprismen) vorgesehen, mit der zwei Referenzlaserstrahlen erzeugt werden, von denen der eine wie in Fig. 2 auf den Detektor 30 gerichtet ist. Im Strahlengang des zweiten Referenzlaserstrahls ist eine Phasenschiebereinrichtung vorgesehen, mit der die Phase des zweiten Referenzlaserstrahls verschoben wird. Die Phasenverschiebung ( $\phi_1 - \phi_2$ ) beträgt vorzugsweise  $90^\circ$ . Der zweite Referenzlaserstrahl wird analog zum ersten Referenzlaserstrahl mit einem Teil des Streulichtes auf einen zweiten Detektor gerichtet, an dem gleichzeitig eine Detektion jeweils des zweiten, phasenverschobenen Referenzlaserstrahls und des Streulichtes erfolgt. Zur Teilung des Streulichtes ist eine weitere Strahlteilereinrichtung analog zum Spiegel 25 vorgesehen. Die Leistung der Referenzlaserstrahlen sollte wesentlich größer sein als die des Hintergrundstreulichtes.

[0039] Die Detektorsignale der ersten und zweiten Detektoren liefern bei einer Phasenverschiebung von  $90^\circ$  Signalverläufe proportional zu  $s_n \cos \phi_n$  bzw.  $s_n \sin \phi_n$  und werden bei Vielfachen der Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  demoduliert. Aus den demodulierten Signalen lassen sich die Amplituden- und Phasenanteile  $s_n$ ,  $\phi_n$  des gesuchten Bildsignals berechnen.

[0040] In Fig. 4 ist das Auftreten der höheren Harmonischen im Streulicht vom Ende der Tastschmelze für verschiedene Modulationsamplituden bei der Schwingung der Tastschmelze dargestellt. Die Modulationsamplitude entspricht 0.5 a bzw. 5 a, wobei a ein für den Durchmesser des Endes der Tastschmelze charakteristischer Parameter ist. Bei geringen Modulationsamplituden (schwarz gedruckte Balken) sind Komponenten bis zur vierten Harmonischen erfassbar. Bei stärkeren Modulationsamplituden hingegen (helle Balken) sind Komponenten bis zur neunten Harmonischen messbar.

[0041] In Fig. 5 ist die Überlegenheit des erfindungsgemäßen Demodulationsverfahrens gegenüber der herkömm-

lichen Einfach-Modulation illustriert. Fig. 5 zeigt nahfeldmikroskopische Abbildungen beim Abtasten einer Probe in x-Richtung mit einer metallischen SFM-Tastschmelze. Die Probe besteht aus einem Si-Substrat mit einer nanostrukturierten, 25 nm dicken Gold-Aufdampfschicht. Die SFM-Topographie ist schwarz eingezeichnet. Die Nahfeldsignale sind als Helligkeitswerte eingezeichnet. Das Teilbild (a) wurde mit einer einfachen Demodulation bei  $\Delta + \Omega_1$  aufgenommen. Es dominieren störende Hintergrundstreusignale, die auch weit von der Probenoberfläche entfernt vorkommen. Die erfindungsgemäße Demodulationstechnik bei  $\Delta + 2\Omega_1$  hingegen filtert die Nahfeldanteile heraus. Es zeigt sich in Teilbild (b) die Unterscheidung von Au und Si aufgrund der verschiedenen Nahfeldsignale. Die Au-Bereiche liefern eine stärkere Nahfeldwechselwirkung mit der Tastschmelze (helle Bereiche) als die Si-Bereiche.

[0042] Die unterschiedliche z-Abhängigkeit von Hintergrund- und Nahfeldstreuungen wird bei frequenzsensitiver Detektion von Frequenzkomponenten gemäß  $\Delta + n\Omega_1$  für  $n \geq 3$  besonders wirksam. Die Umsetzung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt vorzugsweise mit Demodulationen bei  $n \geq 3$ .

[0043] Das erfindungsgemäße Verfahren kann wie folgt modifiziert werden. Bei der Demodulation können anstelle der Summen- oder Differenzfrequenzen auch andere Kombinationen benutzt werden. Dies ist insbesondere von Interesse, wenn anstelle des Streulichtes nicht-linear optische Wechselwirkungen, z. B. Vierwellenmischungen oder CARS-Verfahren, in Betracht gezogen werden. Die Schwingungsbewegung der Tastschmelze kann auf mehrere Raumrichtungen gleichzeitig ausgedehnt werden, wobei ggf. verschiedene Modulationsfrequenzen  $\Omega_1$ ,  $\Omega_2$ , ... vorgesehen sind. Die Bereitstellung verschiedener Modulationsfrequenzen in verschiedenen Raumrichtungen ermöglicht vorteilhafterweise, dreidimensionale Strukturen der Nahfelder der Probe zu analysieren.

[0044] Allgemein kann die Modulation eines Zustandsparameters der Tastschmelze auch nicht-mechanischer Natur sein. Es kommt lediglich darauf an, dass die Nahfeldwechselwirkung zwischen der Tastschmelze (Sonde) und der Probe periodisch verändert wird. Dies lässt sich bspw. durch eine periodische Änderung der dielektrischen Eigenschaften der Sonde und/oder der Probe erzielen.

[0045] Die in der vorstehenden Beschreibung, den Ansprüchen und den Zeichnungen offenbarten Merkmale der Erfindung können sowohl einzeln als auch in beliebiger Kombination für die Verwirklichung der Erfindung in ihren verschiedenen Ausgestaltungen von Bedeutung sein.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur optischen Nahfeldmikroskopie, mit den Schritten:

- Beleuchtung einer Tastschmelze (11) mit einem Messlaserstrahl (24A) mit einer Frequenz  $\omega$ , wobei die Tastschmelze über der Oberfläche einer Probe (13) angeordnet ist und mindestens ein Zustandsparameter der Tastschmelze (11) oder der Probe (13) periodisch mit einer ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  verändert wird, so dass die Nahfeldwechselwirkung zwischen der Tastschmelze (11) und der Probe (13) entsprechend variiert wird,
- messpunktweise Detektion von an der Tastschmelze gestreutem Licht und Erzeugung von Detektorsignalen in Abhängigkeit von der Intensität des jeweils detektierten Lichtes, und
- Demodulation der Detektorsignale bei einer Bezugsfrequenz, die ein Vielfaches der ersten



Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  enthält, zur Erzeugung von Bildsignalen, die für die optischen Eigenschaften der Oberfläche der Probe (13) am jeweiligen Messpunkt charakteristisch sind,

**dadurch gekennzeichnet, dass**

- aus dem Messlaserstrahl (24A) mindestens ein Referenzlaserstrahl (24B) abgeleitet wird, der eine Frequenz  $\omega'$  mit einer Differenzfrequenz  $|\omega' - \omega| = \Delta$ ,  $\Delta \geq 0$ , besitzt,
- bei der Detektion des gestreuten Lichtes gleichzeitig eine Detektion des mindestens einen Referenzlaserstrahls (24B) erfolgt, und
- die Demodulation der Detektorsignale bei einer Bezugsfrequenz  $f_{REF}$  erfolgt, die durch eine Überlagerung aus der Differenzfrequenz  $|\omega' - \omega| = \Delta$  und einer höheren Harmonischen der ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  gemäß  $f_{REF} = \Delta \pm n_1 \Omega_1$  (mit  $n_1 \geq 2$ ) gebildet ist.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, bei dem ein Referenzlaserstrahl (24B) aus dem Messlaserstrahl (24A) abgeleitet wird, wobei der Referenzlaserstrahl (24B) gegenüber dem Messlaserstrahl um eine Differenzfrequenz  $\Delta \neq 0$  frequenzverschoben ist.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, bei dem zwei Referenzlaserstrahlen mit  $\omega' = \omega$  aus dem Messlaserstrahl (24A) abgeleitet werden, die relativ zueinander phasenverschoben sind, und das gestreute Licht mit zwei Detektoren erfasst wird, an denen gleichzeitig eine Detektion jeweils von einem der beiden Referenzlaserstrahl erfolgt, wobei das zum jeweiligen Messpunkt gehörende Bildsignal aus den demodulierten Detektorsignalen eines oder beider Detektoren ermittelt wird.
4. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Demodulation der Detektorsignale bei einer Bezugsfrequenz  $f_{REF} = \Delta \pm n_1 \Omega_1$  mit  $n_1 \geq 3$  erfolgt.
5. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem der periodisch veränderte Zustandsparameter der Tastspitze (11) den Abstand der Tastspitze von der Oberfläche der Probe (13) umfasst.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, bei dem der periodisch veränderte Zustandsparameter der Tastspitze (11) eine dielektrische Eigenschaft der Tastspitze (11) und/oder der Probe (13) umfasst.
7. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Tastspitze oder die Probe periodisch mit einer oder mehreren weiteren Modulationsfrequenzen  $\Omega_i$  ( $i = 2, 3, 4 \dots$ ) moduliert wird und die Demodulation der Detektorsignale bei einer Bezugsfrequenz  $f_{REF}$  erfolgt, die entsprechend additive Komponenten  $\pm n_i \Omega_i$  (mit  $n_i \geq 2$ ) enthält.
8. Verfahren gemäß Anspruch 7, bei dem die Tastspitze und die Probe mit einer oder zwei Modulationsfrequenzen  $\Omega_2$  und/oder  $\Omega_3$  in einer Bezugsebene relativ zueinander bewegt werden, die parallel zur Oberfläche der Probe ausgerichtet ist, während die Tastspitze über die Oberfläche der Probe geführt wird.
9. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem gleichzeitig zur Erfassung der Bildsignale eine atomkraftmikroskopische topographische Abbildung der Oberfläche der Probe (13) erfolgt.
10. Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, bei dem die Tastspitze (11) messpunktweise über die Oberfläche der Probe (13) geführt wird.
11. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie mit einer Abtasteinrichtung (10), die eine bei mindestens einer ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  modulierbare Tastspitze (11) aufweist, einer Beleuchtungseinrichtung (20), einer Detektoreinrichtung (30) und einer

Demodulationseinrichtung (40), dadurch gekennzeichnet, dass

die Beleuchtungseinrichtung (20) einen Laser (21) zur Erzeugung eines Messlaserstrahls (24A) mit einer Frequenz  $\omega$ , eine Einrichtung (23) zur Erzeugung mindestens eines vom Messlaserstrahl abgeleiteten Referenzlaserstrahls (24B) mit einer Frequenz  $\omega'$  (mit  $|\omega' - \omega| = \Delta$ ,  $\Delta \geq 0$ ) und eine Spiegelanordnung (25, 27) aufweist, mit der Streulicht von der Tastspitze (11) und der mindestens eine Referenzlaserstrahl (24B) gemeinsam auf die Detektoreinrichtung (30) gelenkt werden, und die Demodulationseinrichtung (40) zur Demodulation der Detektorsignale der Detektoreinrichtung (30) bei einer Bezugsfrequenz  $f_{REF}$  eingerichtet ist, die durch eine Überlagerung aus der Differenzfrequenz  $|\omega' - \omega| = \Delta$  und mindestens einer höheren Harmonischen der ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  gemäß  $f_{REF} = \Delta \pm n_1 \Omega_1$  (mit  $n_1 \geq 2$ ) gebildet ist.

12. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie gemäß Anspruch 11, bei der die Einrichtung (23) zur Erzeugung des mindestens einen Referenzlaserstrahls (24B) eine Modulatoreinrichtung (23) umfasst, mit der die Frequenz des Referenzlaserstrahls (24B) gegenüber der Frequenz des Messlaserstrahls (24A) um eine Modulationsfrequenz  $\Delta$  verschoben wird, und die Detektoreinrichtung (30) einen Detektoren zur gleichzeitigen Erfassung von Streulicht von der Tastspitze (11) und des Referenzlaserstrahls (24B) umfasst.

13. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie gemäß Anspruch 11, bei der die Einrichtung zur Erzeugung des mindestens einen Referenzlaserstrahls einen Strahlteiler zur Erzeugung von zwei Referenzlaserstrahlen und eine Phasenschiebereinrichtung umfasst, mit der die Phase des einen Referenzlaserstrahls gegenüber der Phase des anderen Referenzlaserstrahls verschoben wird, und die Detektoreinrichtung (30) zwei Detektoren zur gleichzeitigen Erfassung von Streulicht von der Tastspitze (11) und jeweils einem der beiden Referenzlaserstrahlen umfasst.

14. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie gemäß einem der Ansprüche 10 bis 13, bei der die Abtasteinrichtung (10) eine Antriebseinrichtung zur Schwingungsanregung der Tastspitze (11) bei der ersten Modulationsfrequenz  $\Omega_1$  aufweist.

15. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie gemäß einem der Ansprüche 10 bis 14, bei der die Abtasteinrichtung (10) Teil eines Rasterkraftmikroskops ist und eine Scan-Einrichtung zur Führung der Tastspitze über die Oberfläche der Probe (13) einer Probe aufweist.

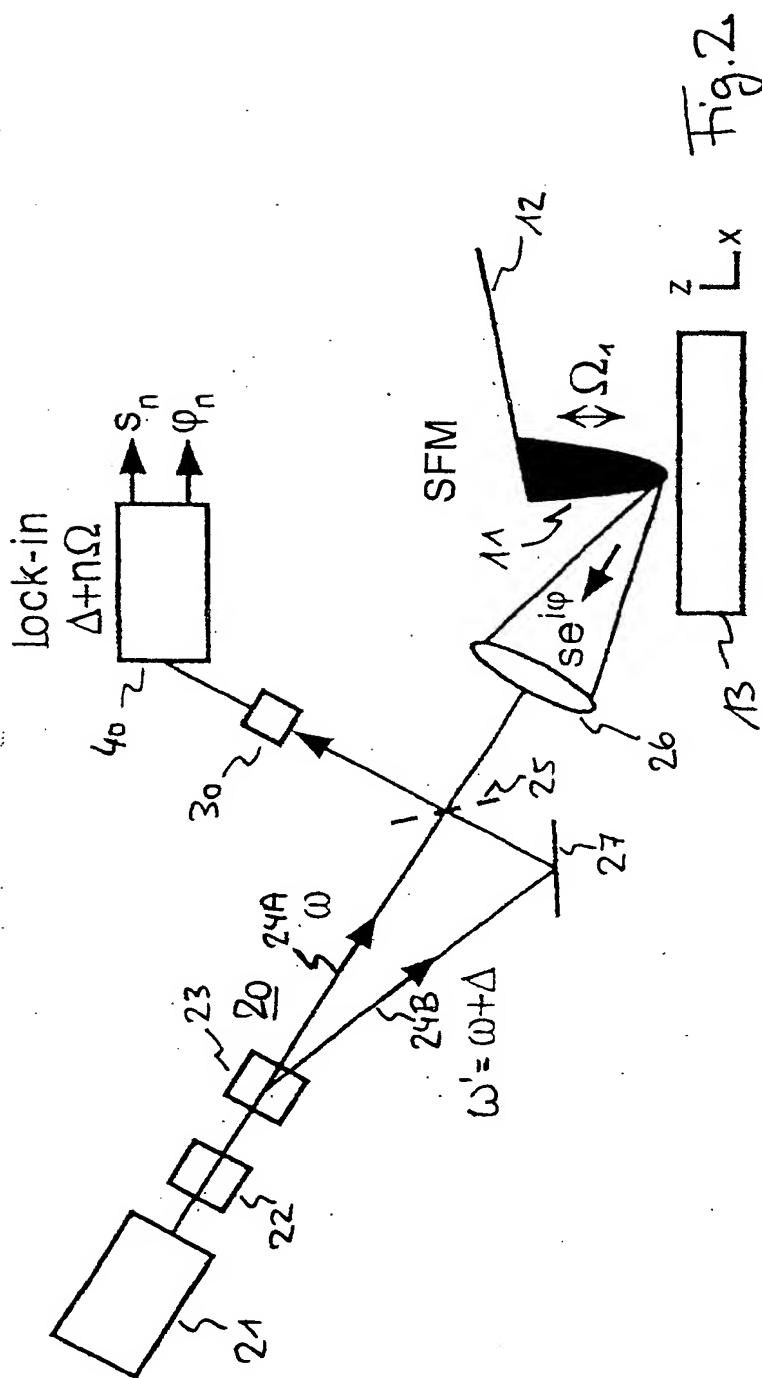
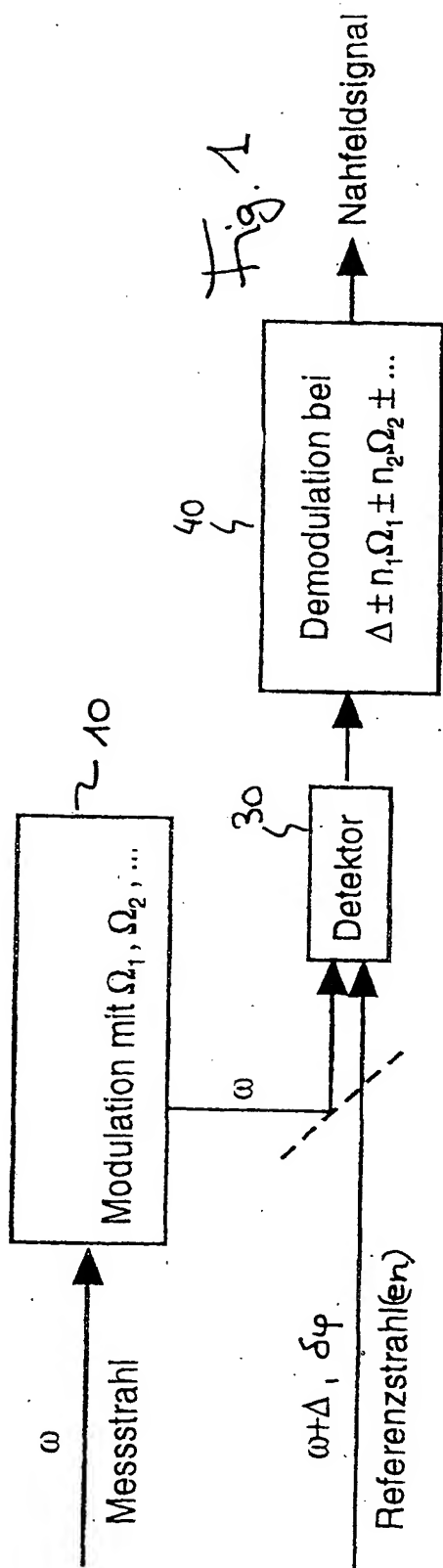
16. Vorrichtung zur aperturlosen Nahfeldmikroskopie gemäß einem der Ansprüche 10 bis 15, bei der die Tastspitze (11) eine Cantilever-Spitze eines Rasterkraftmikroskops oder eine Tastspitze eines optischen Nahfeldmikroskops aus einem dielektrischen, metallischen oder teilweise dielektrischen und metallischen Material ist.

17. Verwendung eines Verfahrens oder einer Vorrichtung gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche zur hochauflösenden Erfassung von optischen Eigenschaften von Probenoberflächen.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen



- Leerseite -



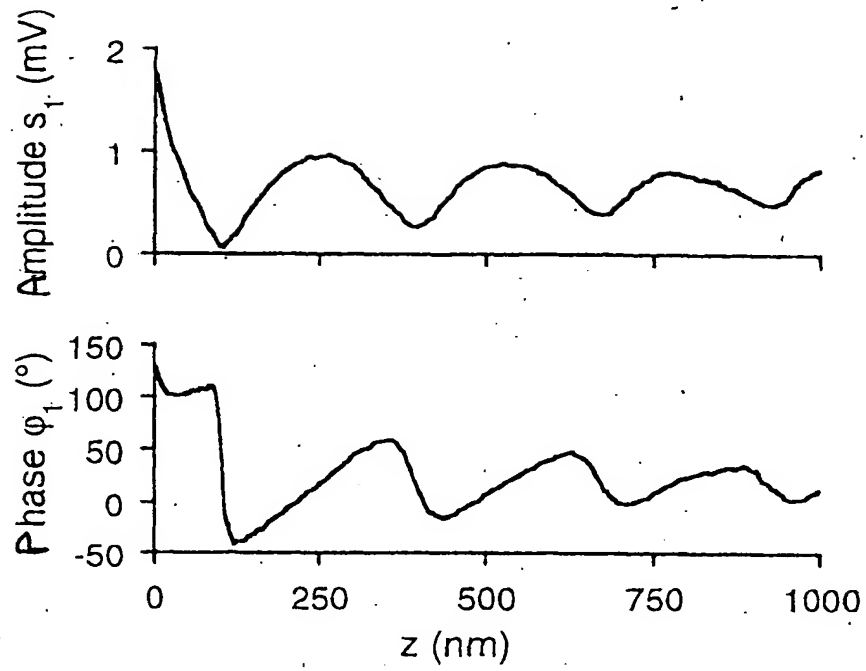


Fig. 3

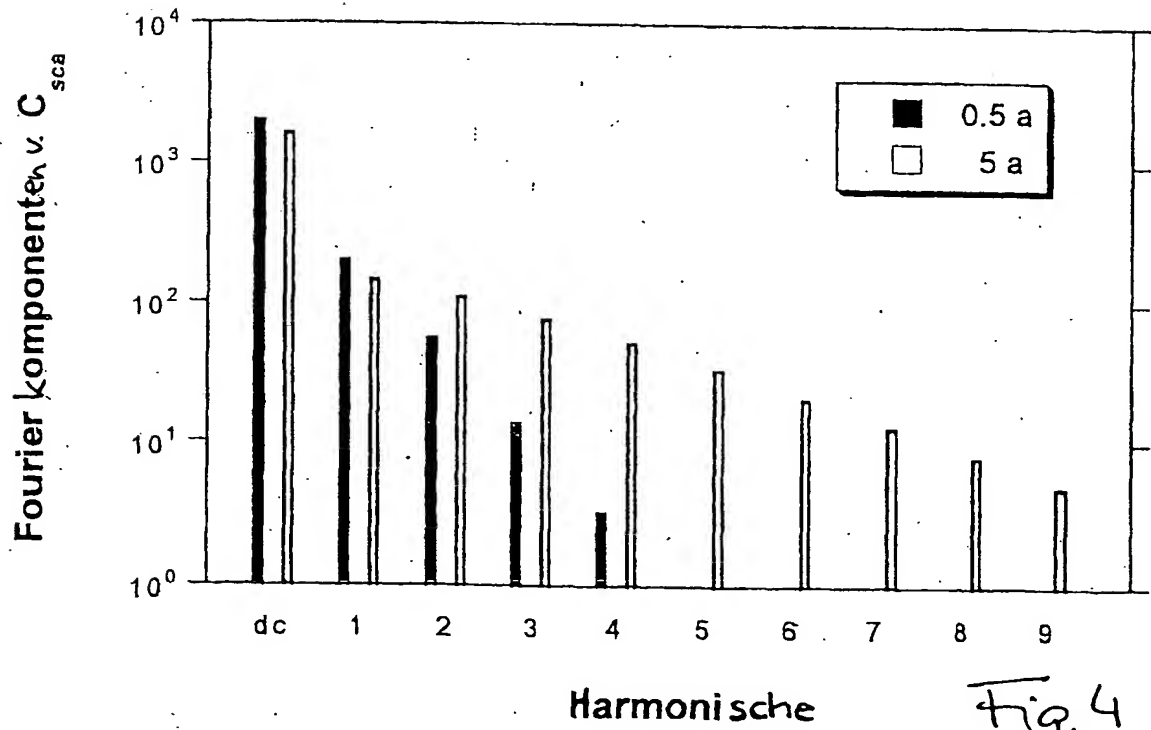


Fig. 4

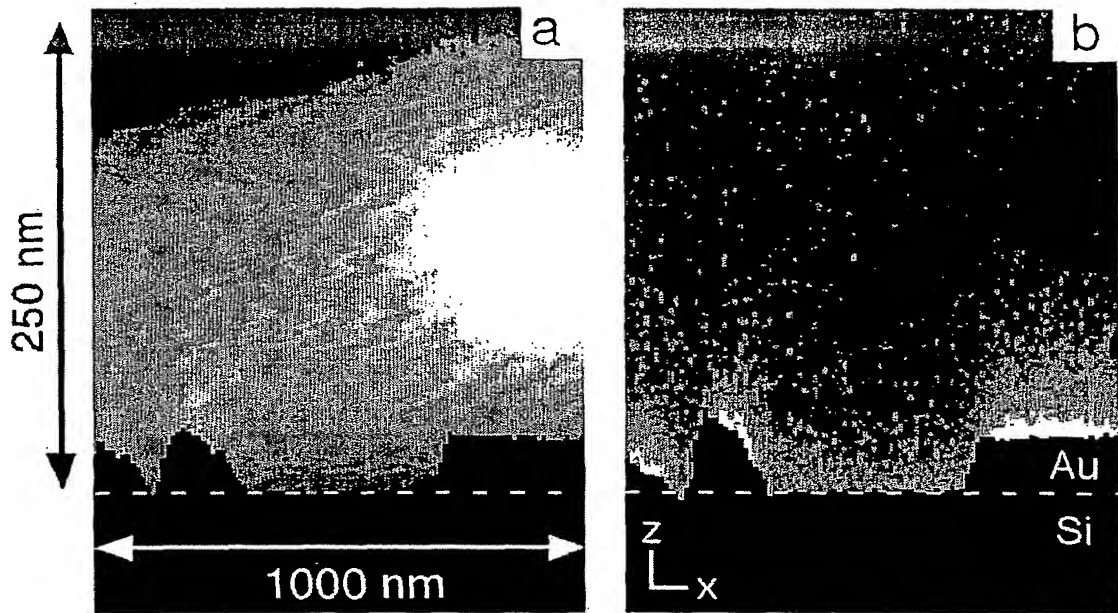


Fig. 5